

ウルトラマイクロ天秤における秤量方法の検討

—PM2.5 調査精度向上のため—

野村 茂, 杉山広和, 前田 泉 (大気科)

【資 料】

ウルトラマイクロ天秤における秤量方法の検討

—PM2.5 調査精度向上のため—

Improvement of Gravimetric Method Using Ultra Micro Balance

野村 茂, 杉山広和, 前田 泉 (大気科)

Shigeru Nomura, Hirokazu Sugiyama, Izumi Maeda

[キーワード：PM2.5, ウルトラマイクロ天秤]

[Key words : PM2.5, Ultra Micro Balance]

1. はじめに

人の健康影響が懸念されている粒径 $2.5\mu\text{m}$ 以下の微小粒子 (PM2.5) については、平成12年9月に環境省より暫定マニュアル¹⁾が示されているが、環境基準値が示されるには至っていない。筆者らは、環境基準告示に先がけて、PM2.5粒子の質量濃度レベルを把握すべく調査に取り組んできたが、暫定マニュアル¹⁾で示された23～24時間の捕集時間では天秤の秤量精度が確保できなかった²⁾。

秤量精度の確保は最も基本的且つ重要な問題である。当センターの天秤室 (恒温恒湿室) に設置されているウルトラマイクロ天秤の秤量精度について実験を行い、補正式により秤量精度を向上する方法を検討し、当面の精度を確保できたので報告する。

2. 方 法

天 秤 室：室内寸法 5.2W × 2.8D × 2.88Hm

(張り出し部分を除く)

室内容量 37 m^3 (張り出し部分を除く)

壁の材質 モルタル

空調設備 集中型空調設備 (昭和48年設置, 3部屋の空調制御)

使用機器：

天 秤：ウルトラマイクロ天秤 (ジーニアス SE (静電気対策付), ザルトリウス社製), 秤量値が安定後, 自動的に出力する機能³⁾を使用した。

秤量試料：PM2.5採取用ろ紙 (PALLFLEX メンブランフィルタ TK15-63M)

実験事項：

実験1：ゼロドリフトを繰り返し測定し、同時に天秤室の室温、湿度 (以下、「室温」、「湿度」という) を記録した (1時間15分に亘り延べ62回測定)。

実験2：ゼロドリフトとろ紙重量を交互に繰り返し測定した (1時間30分に亘り延べ111回測定)。

3. 結果及び考察

3.1 天秤室におけるゼロドリフト、室温及び湿度の経時変化

室温変動範囲は約 2.5°C で、周期は1時間程度であった (図1のB)。湿度変動範囲は49～60%で、周期は15分程度であり、室温変動とは異なる周期を持っていた (図1のC)。

ゼロドリフトの変動範囲は約 $100\mu\text{g}$ で、室温変動と同一周期で15分程度遅れて追従していたが (図1のA, B), 湿度変動の影響は伺えなかった。

この位相の遅れは、ウルトラマイクロ天秤が箱に入った半密閉状況にあることから、外部温度すなわち室温の変化に対し、天秤内部の温度変化が遅れた結果であると考えられた。

典型的なPM2.5重量濃度を $20\mu\text{g}/\text{m}^3$ とすると、 1m^3 /時間 × 24時間でろ紙上に捕集される重量は、 $480\mu\text{g}$ となる。今回観測されたゼロドリフトの変動範囲は約 $100\mu\text{g}$ であり、測定重量の約20%に相当し、無視できない値であった。

また、暫定マニュアル¹⁾では部屋の室温、湿度は各々

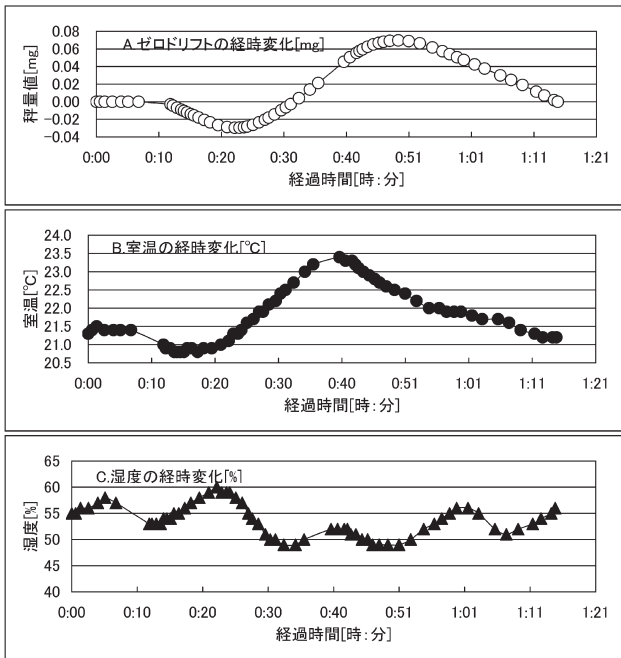


図1 天秤室におけるゼロドリフト、室温及び湿度の経時変化

20～23℃、湿度50±5%と示されているが、測定値は室温20.8～23.5℃程度、湿度49～60%程度であり、若干はずれていた。

このことは、築30年以上経過した現有の集中型空調設備の性能がウルトラマイクロ天秤室の測定環境設備としてはふさわしくないことを示していた。今般の調査から、ウルトラマイクロ天秤の性能を十分に活かすためには、天秤室に独立したエアコン設備を設け、室温、湿度の変動を可能な限り抑えることが必要であると考えられた。

3.2 ゼロドリフトとろ紙秤量値の経時変化

ウルトラマイクロ天秤のゼロドリフトとろ紙重量を交互に繰り返し測定した結果の経時変化を見ると（図2）、ゼロドリフトとろ紙秤量値の変動周期と振幅は各々ほぼ同一であったことから、ろ紙秤量値の変動の大半はゼロドリフトによるものと考えられた。

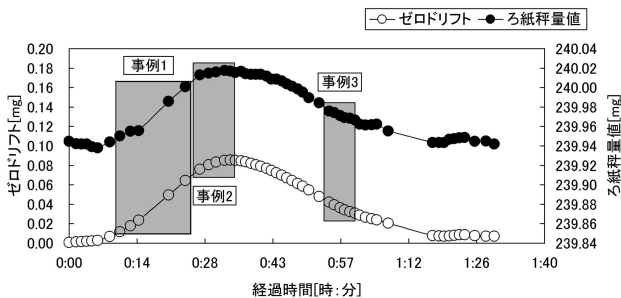


図2 ゼロドリフトとろ紙秤量値の経時変化

3.3 ゼロドリフトを除いたろ紙重量を求める補正方法による対策

ゼロドリフトを除いたろ紙重量を求める補正方法（ろ紙秤量前後の時刻におけるゼロドリフトからろ紙秤量時刻における推定ゼロドリフトを求め、ろ紙秤量値から差し引く）を考案し（図3）、その補正効果について、図2の周期から3つの事例（事例1：室温上昇時、事例2：室温横ばい時、事例3：室温下降時）を取り出し検討した。

- ゼロドリフト : Y_1, Y_2 (実測値)
- ろ紙秤量値 : Y_r (実測値)
- ◎推定ゼロドリフト: Y (計算値)

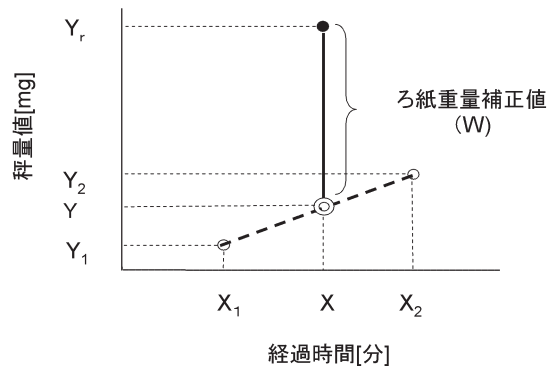


図3 ゼロドリフトを除いたろ紙重量を求める補正方法

$$(X-X_1):(X_2-X_1) = (Y-Y_1):(Y_2-Y_1)$$

$$(Y-Y_1) = (X-X_1) \times (Y_2-Y_1) / (X_2-X_1)$$

$$W = Y_r - Y = Y_r - (Y_2 - Y_1) \times (X - X_1) / (X_2 - X_1)$$

24時間捕集の場合、暫定マニュアル¹⁾に示された定量下限値 $2\mu\text{g}/\text{m}^3$ を満足するためには、 $2\mu\text{g}/\text{m}^3 \times 1\text{m}^3/\text{時間} \times 24\text{時間} = 48\mu\text{g} = 0.048\text{mg}$ となる。定量下限値を 10σ （標準偏差）とすると、 $1\sigma = 0.0048\text{mg}$ となる。

補正方法による効果を示すが（表1）、補正前は、事例1の 1σ は 0.022mg で 0.0048mg を超えることから定量下限値 $2\mu\text{g}/\text{m}^3$ を満足することができなかった。

一方、補正後は、いずれの事例についても、 1σ は 0.0048mg 以下となり定量下限値 $2\mu\text{g}/\text{m}^3$ を満足することができた。 1σ は、事例1で1/10程度、事例2で同等、事例3で1/3程度に縮小しており、室温が変動している場合に補正効果が大きいと言えた。

このことから、ゼロドリフトを除いたろ紙重量を求める補正方法により、室温変動に起因するゼロドリフトの

影響は満足できる程度まで取り除かれ、ウルトラマイクロ天秤秤量値のばらつきも改善されることがわかった。

表1 ゼロドリフトを除いたろ紙重量を求める補正方法の効果

n=5	室温変動 状 況	補正前		補正後	
		平均[mg]	σ [mg]	平均[mg]	σ [mg]
事例1	上昇時	239.9694	0.0225	239.9361	0.0024
事例2	横ばい時	240.0160	0.0010	239.9322	0.0014
事例3	下降時	239.9716	0.0032	239.9347	0.0009

4. まとめ

本実験を行った天秤室の室温変動範囲は約2.5℃で、周期は1時間程度であった。

ゼロドリフトの変動範囲は約100 μ gで、室温変動と同周期で15分程度遅れて追従していたが、湿度変動の影響は何えなかった。

ゼロドリフトとろ紙秤量値の変動周期と振幅は各々ほぼ同一であったことから、ろ紙秤量値の変動の大半はゼロドリフトによるものと考えられた。

ゼロドリフトを除いたろ紙重量を求める補正方法により、室温変動に起因するゼロドリフトの影響は満足でき

る程度まで取り除かれ、ウルトラマイクロ天秤秤量値のばらつきも改善されることがわかった。

当センターの天秤室は、ウルトラマイクロ天秤室の測定環境としてはふさわしくない状況下にあるが、本補正方法により秤量精度を向上することができた。

しかしながら、ウルトラマイクロ天秤の性能を十分に活かすためには、天秤室に独立したエアコン設備を設け、室温、湿度の変動を可能な限り抑えることが必要であると考えられた。

文 献

- 1) 環境庁大気保全局企画課：大気中微小粒子状物質（PM2.5）質量濃度測定方法暫定マニュアル，平成12年9月
- 2) 門田 実，石井 学，野村 茂，中桐 基晴，前田 泉：環境中の大気汚染物質に関する研究（粒子状物質による大気汚染）—第3報 微小粒子（PM2.5）秤量精度の検討—，岡山県環境保健センター年報，30，5-11，2006
- 3) ザルトリウス株式会社メカトロニクス事業部：ザルトリウス ジーニアス シリーズ取扱説明書